

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

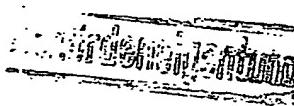
(10) BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND

DEUTSCHES
PATENTAMT(12) Offenlegungsschrift
(11) DE 3822449 A1

(51) Int. Cl. 5:

A61K 7/13



DE 3822449 A1

(21) Aktenzeichen: P 38 22 449.6
 (22) Anmeldetag: 2. 7. 88
 (43) Offenlegungstag: 4. 1. 90

(71) Anmelder:

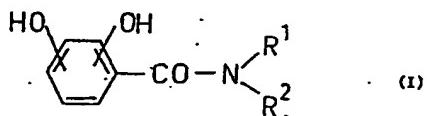
Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

(72) Erfinder:

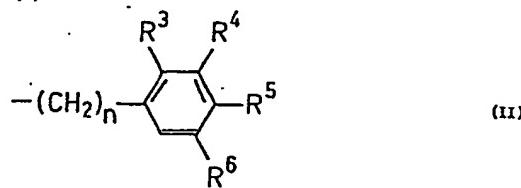
Konrad, Günther, Dr., 4010 Hilden, DE; Lieske, Edgar,
4000 Düsseldorf, DE; Möller, Hinrich, Dr., 4019
Monheim, DE

(54) Oxidationshaarfarbstoffmittel mit neuen Kupplern

Haarfarbstoffmittel, enthaltend Oxidationsfarbstoffvorprodukte mit üblichen Entwicklerkomponenten in einem kosmetischen Träger, die als Kupplerkomponenten Dihydroxybenzamide der allgemeinen Formel I



enthalten, in der R¹ und R² unabhängig voneinander Wasserstoff oder Alkylgruppen mit 1-4 Kohlenstoffatomen, Hydroxalkyl- oder Aminoalkyl-Gruppen, jeweils mit 2-4 Kohlenstoffatomen, Pyridyl-Gruppen oder Gruppen der Formel II)



darstellen, wobei n = 0-4 ist und R³-R⁶ für Wasserstoff oder Hydroxylgruppen, Alkyl- oder Alkoxygruppen mit 1-4 Koh-

lenstoffatomen, Hydroxalkyl- oder Aminoalkyl-Gruppen, jeweils mit 2-4 Kohlenstoffatomen, für NR⁷R⁸-Gruppen, mit R⁷ und R⁸ für Wasserstoff oder Alkylgruppen mit 1-4 Kohlenstoffatomen, Hydroxalkyl- oder Aminoalkylgruppen, jeweils mit 2-4 Kohlenstoffatomen, oder für die Carboxylgruppe stehen, wobei wenigstens zwei der Reste R³-R⁶ Wasserstoffatome sind und nicht mehr als ein Rest einer Carboxylgruppe ist, zeichnen sich durch eine hohe Licht- und Kaltwell-Echtheit der gebildeten Haarfarbstoffe und deren verbesserte Egalisierung, d. h. deren sehr gleichmäßige Verteilung auf dem Haar vom Haarsatz bis zur Haarspitze, aus.

DE 3822449 A1

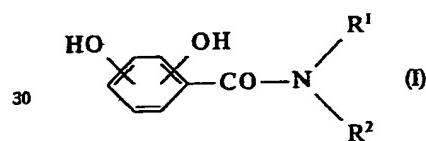
Beschreibung

Gegenstand der Erfindung sind Haarfärbemittel auf der Basis von Oxidationsfarbstoffen. Solche Haarfärbemittel enthalten Oxidationsfarbstoffvorprodukte in einem kosmetischen Träger. Als Oxidationsfarbstoffvorprodukte werden Entwicklersubstanzen und Kupplersubstanzen eingesetzt, die unter dem Einfluß von Oxidationsmitteln oder von Luftsauerstoff Farbstoff ausbilden. Als kosmetische Träger für die Oxidationsfarbstoffvorprodukte dienen Cremes, Emulsionen, Gele, Shampoos, Schaumaerosole oder andere Zubereitungen, die für die Anwendung auf dem Haar geeignet sind.

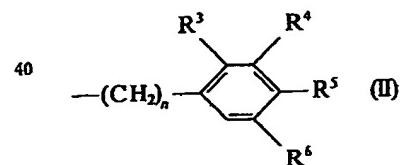
Für das Färben von Haaren spielen die sogenannten Oxidationsfarben, die durch oxidative Kupplung einer oder mehrerer Entwicklerkomponenten untereinander oder mit einer oder mehreren Kupplerkomponenten entstehen, wegen ihrer intensiven Farben und guten Echtheitseigenschaften eine bevorzugte Rolle. Als Entwicklersubstanzen werden üblicherweise primäre aromatische Amine mit einer weiteren in Para- oder Orthoposition befindlichen freien oder substituierten Hydroxy- oder Aminogruppe, ferner Diaminopyridinderivate, heterocyclische Hydrazonderivate, 4-Aminopyrazolonderivate und Tetraminopyrimidine eingesetzt. Als Kupplersubstanzen werden beispielsweise m-Phenyldiaminderivate, Naphthole, Resorcinderivate und Pyrazolone verwendet.

Gute Oxidationshaarfarbstoffvorprodukte müssen in erster Linie folgende Voraussetzungen erfüllen: Sie müssen bei der oxidativen Kupplung die gewünschten Farbnuancen in ausreichender Intensität ausbilden. Sie müssen ferner ein gutes Aufziehvermögen auf menschlichem Haar besitzen, ohne die Kopfhaut zu stark anzufärben. Die damit erzeugten Färbungen müssen eine hohe Stabilität gegen Abrieb, Wärme, Licht und die bei der Dauerwellung des Haares verwendeten Chemikalien aufweisen. Schließlich sollen die Oxidationshaarfarbstoffvorprodukte in toxikologischer und dermatologischer Hinsicht unbedenklich sein.

Es wurde nun gefunden, daß Haarfärbemittel, enthaltend Oxidationsfarbstoffvorprodukte mit üblichen Entwicklerkomponenten in einem kosmetischen Träger, die als Kupplerkomponenten Dihydroxybenzinamide der allgemeinen Formel (I)



enthalten, in der R¹ und R² unabhängig voneinander Wasserstoff oder Alkylgruppen mit 1—4 Kohlenstoffatomen, Hydroxyalkyl- oder Aminoalkyl-Gruppen, jeweils mit 2—4 Kohlenstoffatomen, Pyridyl-Gruppen, oder Gruppen der Formel (II)



darstellen, wobei n=0—4 ist und R³—R⁶ für Wasserstoff oder Hydroxylgruppen, Alkyl- oder Alkoxygruppen mit 1—4 Kohlenstoffatomen, Hydroxyalkyl- oder Aminoalkyl-Gruppen, jeweils mit 2—4 Kohlenstoffatomen, für NR⁷R⁸-Gruppen, mit R⁷ und R⁸ für Wasserstoff, oder Alkyl mit 1—4 Kohlenstoffatomen, Hydroxyalkyl oder Aminoalkyl, jeweils mit 2—4 Kohlenstoffatomen, oder für die Carboxylgruppe stehen, wobei wenigstens zwei der Reste R³—R⁶ Wasserstoffatome sind und nicht mehr als ein Rest eine Carboxylgruppe ist, diesen Anforderungen im hohen Maße genügen. Insbesondere zeichnen sich die gebildeten Haarfärbstoffe durch eine hohe Licht- und Kaltwell-Echtheit und durch eine verbesserte Egalisierung, d. h. eine sehr gleichmäßige Verteilung auf dem Haar von Haarsatz bis Haarspitze, aus.

Die erfindungsgemäßen Kupplerkomponenten sind bereits in der Literatur, beispielsweise in der deutschen Offenlegungsschrift 27 10 653, der deutschen Auslegeschrift 10 64 074, der europäischen Patentanmeldung 1 61 655, der britischen Patentschrift 8 72 683, der französischen Patentschrift 15 71 198 und der belgischen Patentschrift 8 13 815 beschrieben. Sie sind prinzipiell durch Umsetzung von Dihydroxybenzoësäure, in Form des Säurechlorides, bei dem die Hydroxygruppen acetyliert sind, mit den entsprechenden Aminen herstellbar. Eine entsprechende Arbeitsvorschrift findet sich beispielsweise in der deutschen Auslegeschrift 10 64 074.

Von den durch Formel (I) beschriebenen Dihydroxybenzamiden sind die 2,4-Dihydroxybenzamide bevorzugt.

Es ist weiterhin bevorzugt, solche Dihydroxybenzamide der allgemeinen Struktur (I) zu verwenden, bei denen R¹ für ein Wasserstoffatom steht. Im Rahmen dieser genannten Substanzen ist es wiederum bevorzugt, solche Verbindungen einzusetzen, bei den R² steht für Wasserstoff, eine Methylgruppe, eine Pyridyl-Gruppe, oder eine Gruppe der Formel (II), wobei R³—R⁶ stehen für Wasserstoff, Methoxygruppen, Aminogruppen, N,N-Dimethylaminogruppen oder die Carboxylgruppe, wobei wenigstens zwei der Gruppen R³—R⁶ Wasserstoffatome sind und nicht mehr als eine Gruppe eine Carboxylgruppe ist.

Die Dihydroxybenzamide werden in den erfindungsgemäßen Haarfärbemitteln bevorzugt in freier Form eingesetzt; es können aber auch, wenn saure oder basische Gruppen enthalten sind, die entsprechenden Salze

eingesetzt werden. Die Verbindungen mit einer $-COOH$ -Gruppe können etwa in Form der Alkali- oder Ammoniumsalze, Verbindungen mit Amin-Gruppen beispielsweise auch in Form der Hydrochloride eingesetzt werden.

Besonders geeignete Kupplungskomponenten sind

N-Phenyl-2,4-dihydroxybenzamid, N-(2'-Methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid,
N-(3'-Methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid, N-(4'-Methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid,
N-(4'-Carboxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid, N-(2'-Pyridyl)-2,4-dihydroxybenzamid,
N-(3'-Pyridyl)-2,4-dihydroxybenzamid, N-(2', 5'-Dimethoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid, N-(3',
5'-Dimethoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid, N-(2'-Methoxy-5'-amino-phenyl)-2,4-dihydroxybenzamid,
N-(4'-(N,N-Dimethylamino)phenyl)-2,4-dihydroxybenzamid, N-(4'-Hydroxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid,
N-Methyl-2,4-dihydroxybenzamid, N-Benzyl-2,4-dihydroxybenzamid
sowie das unsubstituierte 2,4-Dihydroxybenzamid.

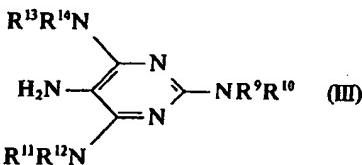
Die erfindungsgemäßen Haarfärbemittel können neben den Dihydroxybenzamiden der allgemeinen Formel (I) auch andere bekannte Kupplersubstanzen enthalten, die zur Modifizierung der Farbnuancen und zur Erzeugung natürlicher Farbtöne erforderlich sind. Solche üblichen Kupplerverbindungen sind z. B. andere m-Phenyldiamine, z. B. 2,4-Diaminophenyl-2-hydroxyethylether, oder N-(2,4-Dihydroxybenzyliden)-Amino-
verbindungen, Phenole, Resorcine, m-Aminophenole, Naphthole oder Pyrazolone.

Gegebenfalls können auch direktziehende Farbstoffe zusätzlich zur weiteren Modifizierung der Farbnuancen eingesetzt werden. Solche direktziehenden Farbstoffe sind z. B. Nitrophenyldiamine, Nitroaminophenole, Anthrachinonfarbstoffe oder Indophenole.

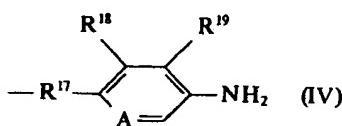
Als Entwicklersubstanzen können in den erfindungsgemäßen Haarfärbemitteln z. B. aromatische Amine mit einer oder mehreren weiteren NH_2 -Gruppen, NHR -Gruppen oder NR_2 -Gruppen, wobei R eine Alkylgruppe mit 1-4 C-Atomen oder eine Hydroxyalkylgruppe oder eine Aminoalkylgruppe mit 2-4 C-Atomen darstellt, Aminophenole, Aminophenoether und/oder Diaminopyridinderivate verwendet werden. Solche Entwicklersubstanzen sind z. B.

p-Phenyldiamin, p-Toluylendiamin, N-Methyl-p-phenyldiamin, N,N-Dimethyl-p-phenyldiamin,
N-Hydroxyethyl-p-phenyldiamin, N,N-Bis(2-hydroxyethyl)-phenyldiamin,
N-Ethyl-N-(2-hydroxyethyl)p-phenyldiamin, N,N-Diethyl-2-methyl-p-phenyldiamin,
2-Chlor-p-phenyldiamin, 2,6-Dichlor-p-phenyldiamin, 2-Chlor-6-methyl-p-phenyldiamin,
2-Methoxy-p-phenyldiamin, 2,5-Diaminoanisol, 6-Methoxy-3-methyl-p-phenyldiamin,
N-(2-Methoxyethyl)-p-phenylenamin, N-(2-Hydroxypropyl)-p-phenyldiamin,
N-Butyl-N-sulfonyl-p-phenyldiamin, N-(p-Aminophenyl)-N',N'-bis-(β -hydroxyethyl)-1,3-diaminopropan
oder deren Salze mit anorganischen oder organischen Säuren.

Besonders geeignete Entwicklersubstanzen für die erfindungsgemäßen Kupplerkomponenten sind 2,4,5,6-Tetraaminopyridine der allgemeinen Formel (III),



in der R^9-R^{14} Wasserstoff, einen Alkylrest mit 1-4 Kohlenstoffatomen, den Rest $-(CH_2)_m-X$, in den $m=1-4$ und X eine Hydroxylgruppe, ein Halogenatom, eine $NR^{15}R^{16}$ -Gruppe, wobei R^{15} und R^{16} Wasserstoff oder Alkylreste mit 1-4 Kohlenstoffatomen bedeuten können, oder einen gegebenenfalls substituierten Arylrest darstellt, oder unter der Bedingung, daß $R^{11}-R^{14}$ Wasserstoffatome sind, $-NR^9R^{10}$ steht für eine Gruppe (IV),



in der R^{17} eine Gruppe $-NH-(CH_2)_p-NH-$, worin $p=2-4$ ist, eine Gruppe $-NH-$
 $CH_2-CH(OH)-CH_2-NH-$ oder eine Gruppe



ist, R^{18} und R^{19} unabhängig voneinander Wasserstoff, Chlor oder eine Gruppe $-OR^{20}$ sind, worin R^{20} eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 C-Atomen ist, und A eine CH-Gruppe oder ein Stickstoffatom ist, oder R^9 und R^{10} und/oder R^{11} und R^{12} und/oder R^{13} und R^{14} mit dem jeweiligen Stickstoffatom einen heterocyclischen, 5- oder 6-gliedrigen Ring mit einem oder zwei Stickstoffatomen oder einem Stickstoff- und einem Sauerstoffatom bilden

können, sowie deren Salze mit anorganischen oder organischen Säuren.

Geeignete Substanzen aus dieser Verbindungsklasse sind z. B. 4,5-Diamino-2,6-bis-methylaminopyrimidin, 2,5-Diamino-4-diethylamino-6-methylaminopyrimidin 24,5-Triamino-6-anilino-pyrimidin, 24,5-Triamino-6-morpholino-pyrimidin und 24,5-Triamino-6-(2-hydroxyethyl)-aminopyrimidin.

5 Ganz besonders geeignet als Entwicklerkomponente ist das unsubstituierte 24,5,6-Tetraaminopyrimidin.
Es ist nicht erforderlich, daß die erfindungsgemäßen Verbindungen der Formel (I) sowie die sonst in den Haarfärbemitteln vorhandenen Oxidationsfarbstoffvorprodukte oder direkt ziehenden Farbstoffe einheitliche chemische Verbindungen darstellen. Vielmehr können diese auch Gemische der erfindungsgemäß einzusetzenden Kuppler- oder Entwicklersubstanzen sein.

10 Zu den erfindungsgemäßen Haarfärbemitteln werden Verbindungen der Formel (I) und die gegebenenfalls zusätzlich vorhandenen bekannten Kupplersubstanzen im allgemeinen in etwa molaren Mengen, bezogen auf die verwendeten Entwicklersubstanzen, eingesetzt. Wenn sich auch der molare Einsatz als zweckmäßig erwiesen hat, so ist ein gewisser Überschuß einzelner Oxidationsfarbstoffvorprodukte nicht nachteilig, so daß Entwickler-substanzen und Kupplersubstanzen in einem Molverhältnis von 1 : 0,5 bis 1 : 2 enthalten sein können.

15 Die oxidative Entwicklung der Färbung kann grundsätzlich mit Luftsauerstoff erfolgen. Bevorzugt wird jedoch ein chemisches Oxidationsmittel eingesetzt, besonders dann, wenn neben der Färbung ein Aufhelleffekt am Haar gewünscht wird. Als Oxidationsmittel kommen insbesondere Wasserstoffperoxid oder dessen Anlageungsprodukte an Harnstoff, Melamin oder Natriumborat sowie Gemische aus derartigen Wasserstoffperoxid-anlagerungsprodukten mit Kaliumperoxiddisulfat in Betracht.

20 Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Haarfärbemittel werden die Oxidationsfarbstoffvorprodukte in ei-
nen geeigneten kosmetischen Träger eingearbeitet. Solche Träger sind z. B. Cremes, Emulsionen, Gele oder auch tensidhaltige, schäumende Lösungen, z. B. Shampoos oder andere Zubereitungen, die für die Anwendung auf
25 tensidhaltiges Haar geeignet sind. Übliche Bestandteile solcher kosmetischer Zubereitungen sind z. B. Netz- und Emul-
giermittel wie anionische, nichtionische oder ampholytische Tenside, z. B. Fettalkoholsulfat, Alkansulfonate,
alpha-Olefinsulfonate, Fettalkoholpolyglykolethersulfate, Ethylenoxidanolagerungsprodukte an Fettalkohole,
Fettsäuren und Alykylphenole, Sorbitanfettsäureester und Fettsäurepartialglyceride, Fettsäurealkanolamide
sowie Verdickungsmittel wie z. B. Methyl- oder Hydroxyethylcellulose, Stärke, Fettalkohole, Paraffinöle, Fettsäu-
ren, ferner Parfümöle und haarpflegende Zusätze, wie z. B. wasserlösliche kationische Polymere, Proteinderiva-
te, Pantothenäure und Cholesterin.

30 Die Bestandteile der kosmetischen Träger werden zur Herstellung der erfindungsgemäßen Haarfärbemittel in
für diese Zwecke üblichen Mengen eingesetzt, z. B. werden Emulgiermittel in Konzentrationen von 0,5–30
Gew.-% und Verdickungsmittel in Konzentrationen von 0,1–25 Gew.-% des gesamten Färbemittels eingesetzt.
Die Oxidationsfarbstoffvorprodukte werden in Mengen von 0,2–5 Gew.-% vorzugsweise 1–3 Gew.-% des
35 gesamten Färbemittels in den Träger eingemischt. Der Gehalt an Dihydroxybenzamiden der Formel (I) kann in
den erfindungsgemäßen Haarfärbemitteln etwa 0,05–10 Millimol pro 100 g des Haarfärbemittels betragen.

35 Die Anwendung der erfindungsgemäßen Haarfärbemittel kann, unabhängig von der Art der kosmetischen
Zubereitung, z. B. als Creme, Gel oder Shampoo, im schwach sauren, neutralen oder alkanischen Milieu erfolgen.
Bevorzugt ist die Anwendung der Haarfärbemittel in einem pH-Bereich von 6–10. Die Anwendungstemperatu-
ren können in einem Bereich zwischen 15°C und 40°C liegen. Nach einer Einwirkungszeit von ca. 30 Minuten
40 wird das Haarfärbemittel durch Ausspülen von dem zu färbenden Haar entfernt. Danach wird das Haar mit
einem milden Shampoo nachgewaschen und getrocknet. Das Nachwaschen mit einem Shampoo entfällt, wenn
ein stark tensidhaltiger Träger, z. B. ein Färbeshampoo, verwendet wurde.

Die nachfolgenden Beispiele sollen den Erfindungsgegenstand näher erläutern ohne ihn jedoch hierauf zu
beschränken.

45

Beispiele

I. Herstellung von Dihydroxybenzamiden der Formel I

50 Aus Diacetoxybenzoësäure wurde durch Reaktion mit Phosphorpentachlorid Diacetoxybenzoylchlorid her-
gestellt, das anschließend mit dem entsprechenden Amin umgesetzt wurde. Durch Verseifen mit Natronlauge
erhielt man schließlich das gewünschte Dihydroxybenzamid.

In Tabelle 1 sind einige der nach diesem Verfahren hergestellten Produkte aufgeführt:

55

60

65

Tabelle 1

eingesetztes Amin	Dihydroxybenzamid gemäß Formel I	Schmelzpunkt (°C)	
Anilin	N-Phenyl-2,4-dihydroxybenzamid · 0,5 H ₂ O	142	
2-Methoxyanilin	N-(2'-Methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid · 2 H ₂ O	60—65	
3-Methoxyanilin	N-(3'-Methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid · H ₂ O	115—120	
4-Methoxyanilin	N-(4'-Methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	209—210	10
4-Aminobenzoësäure	N-(4'-Carboxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid · 0,5 H ₂ O	> 250	
2-Aminopyridin	N-(2'-Pyridyl)-2,4-dihydroxybenzamid · 1,5 H ₂ O	210—230	
3-Aminopyridin	N-(3'-Pyridyl)-2,4-dihydroxybenzamid · 0,5 H ₂ O	> 250	
2,5-Dimethoxyanilin	N-(2',5'-Dimethoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid · 2 H ₂ O	135—136	
3,5-Dimethoxyanilin	N-(3',5'-Dimethoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid · 2,5 H ₂ O	165—166	15
2-Methoxy-5-aminoanilin	N-(2'-Methoxy-5'-amino-phenyl)-2,4-dihydroxybenzamid · H ₂ O	230—235 (Z)	
4-N,N-Dimethylaminoanilin	N-(4'-(N,N-Dimethylamino)phenyl)-2,4-dihydroxybenzamid · 3 H ₂ O	252 (Z)	
4-Aminophenol	N-(4'-Hydroxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid · H ₂ O	228—230 (Z)	
Methylamin	N-Methyl-2,4-dihydroxybenzamid	188—190	20
Benzylamin	N-Benzyl-2,4-dihydroxybenzamid · 0,5 H ₂ O	84—85	
Anilin	N-Phenyl-3,5-dihydroxybenzamid	112—114	
Anilin	N-Phenyl-2,5-dihydroxybenzamid · 0,5 H ₂ O	190—192	
Anilin	N-Phenyl-2,6-dihydroxybenzamid	220—205	
Ammoniak	2,4-Dihydroxybenzamid · 0,5 H ₂ O	220 (Z)	25
N-Methylanilin	N-Methyl-N-Phenyl-2,4-dihydroxybenzamid · H ₂ O	140—143	
N-Methyl-4-methoxyanilin	N-Methyl-N-(4'-methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	148—150	

II. Anwendungstechnische Prüfungen

30

Es wurden erfindungsgemäß Haarfärbemittel in Form einer Haarfärbe-Cremeemulsion der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

Fettalkohol C ₁₂ —C ₁₄	10,0 g	35
Fettalkohol C ₁₂ —C ₁₄ +2	25,0	
Ethylenoxidsulfat, Na-Salz, 28%ig		
Wasser	60,0	
2,4,5,6-Tetraaminopyrimidin	7,5 mMol	
Kupplerkomponente	7,5 mMol	40
Na ₂ SO ₃ (Inhibitor)	1,0 g	
konzentrierte Ammoniak-Lösung	bis pH = 9,5	
Wasser	ad 100 g	

Die Bestandteile wurden der Reihe nach miteinander vermischt. Nach Zugabe der Oxidationsfärbemittelvorprodukte und des Inhibitors wurde zunächst mit konzentrierter Ammoniak-Lösung der pH-Wert der Emulsion auf 9,5 eingestellt, dann wurde mit Wasser auf 100 g aufgefüllt.

Die oxidative Entwicklung der Färbung wurde mit 3%iger Wasserstoffperoxidlösung als Oxidationsmittel durchgeführt. Hierzu wurden 100 g der Emulsion mit 50 g Wasserstoffperoxidlösung (3%ig) versetzt und vermischt.

Die Färbecreme wurde auf ca. 5 cm lange Strähnen standardisierten, zu 90% ergraut, aber nicht besonders vorbehandelten Menschenhaars aufgetragen und dort 30 Minuten bei 27°C belassen. Nach Beendigung des Färbeprozesses wurde das Haar gespült, mit einem üblichen Haarwaschmittel ausgewaschen und anschließend getrocknet.

Die mit den genannten Oxidationsfärbemittelvorprodukten erhaltenen Farbnuancen der gefärbten Haarsträhne sind Tabelle 2 zu entnehmen.

60

65

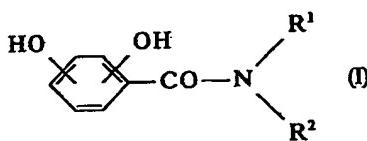
Tabelle 2

	Kupplerkomponente	Farbnuance
5	N-Phenyl-2,4-dihydroxybenzamid	violettbraun
	N-(2'-Methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	violettblau
10	N-(3'-Methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	dunkelrubin
	N-(4'-Methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	blauviolett
	N-(4'-Carboxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	rotbraun
15	N-(2'-Pyridyl)-2,4-dihydroxybenzamid	rotbraun
	N-(3'-Pyridyl)-2,4-dihydroxybenzamid	rotbraun
	N-(2',5'-Dimethoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	blauviolett
	N-(3',5'-Dimethoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	blauviolett
20	N-(2'-Methoxy-5'-amino-phenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	schwarzviolett
	N-(4'-(N,N-Dimethylamino)phenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	violett
	N-(4'-Hydroxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	blauviolett
	N-Methyl-2,4-dihydroxybenzamid	rot
25	N-Benzyl-2,4-dihydroxybenzamid	violettbraun
	2,4-Dihydroxybenzamid	orangebraun
	N-Methyl-N-Phenyl-2,4-dihydroxybenzamid	grauviolett
	N-Methyl-N-(4'-methoxyphenyl)-2,4-dihydroxybenzamid	graurot
	N-Phenyl-3,5-dihydroxybenzamid	violettbraun
	N-Phenyl-2,5-dihydroxybenzamid	violettbraun
	N-Phenyl-2,6-dihydroxybenzamid	braun*)

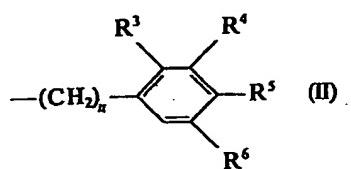
*) Mit p-Toluylendiamin als Entwicklerkomponente.

Patentansprüche

30 1. Haarfärbemittel, enthaltend Oxidationsfarbstoffvorprodukte mit üblichen Entwicklerkomponenten in einem kosmetischen Träger, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Kupplerkomponenten Dihydroxybenzamide der allgemeinen Formel (I)



40 enthalten, in der R¹ und R² unabhängig voneinander Wasserstoff oder Alkylgruppe mit 1—4 Kohlenstoffatomen, Hydroxylalkyl- oder Aminoalkyl-Gruppen, jeweils mit 2—4 Kohlenstoffatomen, Pyridyl-Gruppen oder Gruppe der Formel (I)

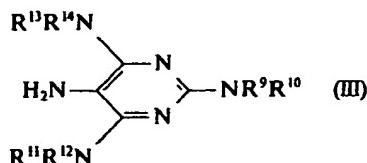


55 darstellen, wobei n=0—4 ist und R³—R⁶ für Wasserstoff oder Hydroxylgruppen, Alkyl- oder Alkoxygruppen mit 1—4 Kohlenstoffatomen, Hydroxylalkyl- oder Aminoalkyl-Gruppen, jeweils mit 2—4 Kohlenstoffatomen, für NR⁷R⁸-Gruppen, mit R⁷ und R⁸ für Wasserstoff, oder Alkylgruppen mit 1—4 Kohlenstoffatomen, Hydroxylalkyl- oder Aminoalkylgruppen, jeweils mit 2—4 Kohlenstoffatomen, oder für die Carboxylmen, eine Carboxylgruppe ist.

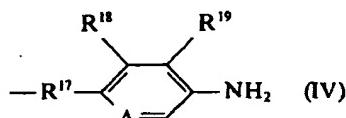
60 2. Haarfärbemittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Kupplerkomponenten Dihydroxybenzamide, entsprechend der allgemeinen Formel (I), enthalten, bei denen die Hydroxylgruppen in den Positionen 2 und 4 stehen.

65 4. Haarfärbemittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Kupplerkomponenten Dihydroxybenzamide der allgemeinen Formel (I) enthalten, in der R¹ Wasserstoff und R² Wasserstoff, eine Methylgruppe, eine Pyridyl-Gruppe oder eine Phenylgruppe der Formel (II) darstellen, wobei R³—R⁶ stehen für Wasserstoff, oder Methoxygruppen, Aminogruppen, N,N-Dimethylaminogruppen, oder die Carboxylgruppe unter der Bedingung, daß mindestens zwei dieser Gruppen R³—R⁶ Wasserstoffatome sind und das Molekül maximal eine Carboxylgruppe enthält.

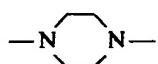
4. Haarfärbemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Entwicklerkomponenten 2,4,5,6-Tetraaminopyrimidine der allgemeinen Formel (III)



enthalten, in der R⁹–R¹⁴ Wasserstoff, einen Alkylrest mit 1–4 Kohlenstoffatomen, den Rest $-(CH_2)_m-X$, in dem $m=1-4$ und X eine Hydroxylgruppe, ein Halogenatom, eine $-NR^{15}R^{16}$ -Gruppe, wobei R¹⁵ und R¹⁶ Wasserstoff oder Alkylreste mit 1–4 Kohlenstoffatomen bedeuten können, darstellt, oder unter der Bedingung, daß R¹¹–R¹⁴ Wasserstoffatome sind, $-NR^9R^{10}$ steht für eine Gruppe (IV)



in der R¹⁷ eine Gruppe $-\text{NH}-(\text{CH}_2)_p-\text{NH}-$, worin $p=2-4$ ist, eine Gruppe $-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-\text{CH}_2-\text{NH}-$ oder eine Gruppe



ist, R¹⁸ und R¹⁹ unabhängig voneinander Wasserstoff, Chlor oder eine Gruppe —OR²⁰ sind, worin R²⁰ eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 C-Atomen ist, und A eine CH-Gruppe oder ein Stickstoffatom ist, oder R⁹ und R¹⁰ und/oder R¹¹ und R¹² und/oder R¹³ und R¹⁴ mit dem jeweiligen Stickstoffatom einen heterocyclischen, 5- oder 6-gliedrigen Ring mit einem oder zwei Stickstoffatomen oder einem Stickstoff- und einem Sauerstoffatom bilden können, und/oder deren Salze mit anorganischen oder organischen Säuren.

5. Haarfärbemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Entwicklerkomponente 2,4,5,6-Tetraaminopyrimidin enthalten.

6. Haarfärbemittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie 0,2–5 Gew.-%, insbesondere 1–3 Gew.-%, an Oxidationsfarbstoffvorprodukten enthalten.

1

10

14

20

1

30

25

45

50

55

60

65